

308383

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 07118283 A

(43) Date of publication of application: 09.05.95

(51) Int. Cl

C07F 11/00
// C10M139/00
C10N 10:12
C10N 30:06

(21) Application number: 05289937

(71) Applicant: TONEN CORP

(22) Date of filing: 26.10.93

(72) Inventor: TOKASHIKI MICHIHIDE
TOMIZAWA HIROTAKA

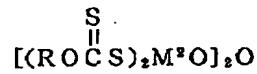
(54) PRODUCTION OF DITHIOXANTHOGENIC ACID METAL SALT

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain the metal salt having high solubility in mineral oil and exhibiting friction-reducing effect when added to a lube oil, with a simple operation in a high purity and yield by reacting a specific dithioxanthogenic acid salt with a molybdic acid salt or tungstic acid salt in the presence of a mineral acid.

CONSTITUTION: The metal salt of the formula II (M_2 is molybdenum or tungsten) is produced by reacting (A) a hydroxyl-containing compound of the formula R-OH (R is 1-30C hydrocarbon group) with (B) hydrogen disulfide and (C) a hydroxide of an alkaline component in the presence of (D) a nitrogen-containing component having lower chain-hydrocarbon group and reacting (E) the resultant dithioxanthogenic acid salt of the formula I (M^1 is alkaline component) with (F) a molybdic acid salt or a tungstic acid salt in the presence of (G) a mineral acid.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-118283

(43)公開日 平成7年(1995)5月9日

(51)Int.Cl.
C 07 F 11/00
// C 10 M 139/00
C 10 N 10:12
30:06

識別記号 B 9155-4H
C 9155-4H
Z 9159-4H

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数2 FD (全7頁)

(21)出願番号

特願平5-289937

(22)出願日

平成5年(1993)10月26日

(71)出願人 390022998

東燃株式会社

東京都千代田区一ツ橋1丁目1番1号

(72)発明者 渡嘉敷 通秀

埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡一丁目3番1号 東燃株式会社総合研究所内

(72)発明者 富沢 広隆

埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡一丁目3番1号 東燃株式会社総合研究所内

(74)代理人 弁理士 久保田 耕平 (外1名)

(54)【発明の名称】 ジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法

(57)【要約】

【構成】一般式 $R\text{OCS}_2M^1$ (M^1 はアルカリ成分であり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸塩とモリブデン酸塩又はタンゲステン酸塩とを鉛酸の存在下に反応させて、一般式 $[(R\text{OCS}_2)_2M^2\text{O}]_2\text{O}$ (M^2 はモリブデン又はタンゲステン、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸金属塩を製造する方法である。

【効果】鉛油に対する溶解性が大きく、かつ潤滑油に添加した場合、優れた摩擦低減効果を発揮するジチオキサントゲン酸モリブデンやジチオキサントゲン酸タンゲステンが効率よく得られる。

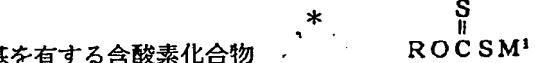
【特許請求の範囲】*

【請求項1】低級鎖状炭化水素基を有する含酸素化合物の存在下、一般式〔1〕



(式中のRは炭素数1~30の炭化水素基である)で表される水酸基含有化合物と二硫化炭素とアルカリ成分の水酸化物とを反応させて、一般式〔2〕

【化1】



…〔2〕

(式中のM¹はアルカリ成分であり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸塩を得たのち、このものとモリブデン酸塩又はタンクス滕酸塩とを鉛酸の存在下において反応させることを特徴とする、一般式〔3〕

【化2】



…〔3〕

(式中のM²はモリブデン又はタンクス滕であり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法。

【請求項2】一般式〔2〕

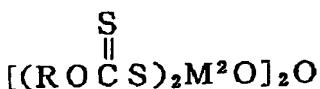
【化3】

※(式中のM¹はアルカリ成分であり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸塩とモリブデン酸塩又はタンクス滕酸塩とを鉛酸の存在下において反応させることを特徴とする、一般式〔3〕

【化4】



…〔2〕 ※20



…〔3〕

(式中のM²はモリブデン又はタンクス滕であり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法の改良に関するものである。さらに詳しくいえば、本発明は、鉛油に対する溶解性が大きく、かつ潤滑油に添加した場合、摩擦低減効果が大きいことから、潤滑油添加剤として有用なジチオキサントゲン酸モリブデンやジチオキサントゲン酸タンクス滕を、簡単な操作で純度よく高収率で製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】長鎖アルキル基を有するジチオキサントゲン酸モリブデンは、潤滑油に添加した場合、摩擦低減効果が大きいことから、潤滑油添加剤として有用な化合物である。ジチオキサントゲン酸モリブデンの製造方法としては、例えば水酸化カリウムのメタノール溶液に、二硫化炭素を加えてメチルジチオキサントゲン酸カリウム(CH_3OCS_2K)を調製したのち、このメチルジチオキサントゲン酸カリウムとモリブデン酸ナトリウムを含有する水溶液に、二酸化硫黄ガスを吹き込むことにより、ジメチルジチオキサントゲン酸モリブデン $[(CH_3OCS_2)_2MoO_2O]_2O$ を製造する方法が知られている

〔「インオーガニック・ケミストリー(Inorganic Chemistry)」第6巻、第5号、第998~1003ページ(1

967年〕。しかしながら、この方法は操作が煩雑であり、また該方法を用いて長鎖アルキル基を有するジチオキサントゲン酸モリブデン、例えばジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンを製造した場合、得られたものは潤滑油基油に容易に溶解するものの、これを含有する潤滑油組成物について、シェル四球式試験で摩擦係数を測定したところ、その摩擦低減効果は僅かであり、市販の摩擦低減剤である硫化オキシモリブデンジチオカルバメート(MoDTC)に及ばないという問題があった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような事情の上で、鉛油に対する溶解性が大きく、かつ潤滑油に添加した場合、摩擦低減効果が大きいことから、潤滑油添加剤として有用なジチオキサントゲン酸モリブデンやジチオキサントゲン酸タンクス滕を、簡単な操作で純度よく高収率で製造する方法を提供することを目的としてなされたものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者は前記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、特定の化合物の存在下、水酸基含有化合物と二硫化炭素とアルカリ成分の水酸化物とを反応させ、次いでこの生成物とモリブデン酸アルカリ金属塩又はタンクス滕酸アルカリ金属塩とを鉛酸の存在下で反応させることにより、その目的を達成しうることを見い出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、低級鎖状炭化

水素基を有する含酸素化合物の存在下、一般式〔1〕

ROH ... [1]

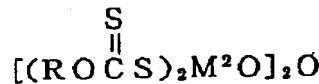
(式中のRは炭素数1~30の炭化水素基である)で表される水酸基含有化合物と二硫化炭素とアルカリ成分の水酸化物とを反応させて、一般式[2]

【0005】

【化5】



... [2] *



... [3]

【0008】(式中のM'はモリブデン又はタングステンであり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法、並びに一般式[2]

【0009】

【化7】



... [2] *



... [3]

【0012】(式中のM'はモリブデン又はタングステンであり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法を提供するものである。

【0013】以下、本発明を詳細に説明する。本発明方法においては、まず一般式[1]

ROH ... [1]

(式中のRは炭素数1~30の炭化水素基である)で表される水酸基含有化合物と二硫化炭素とアルカリ成分の水酸化物とを反応させて、一般式[2]

ROCS₂M' ... [2]

(式中のM'はアルカリ成分であり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸塩を生成させる。前記一般式[1]及び[2]において、Rは炭素数1~30の炭化水素基であり、飽和炭化水素基であってもよいし、不飽和炭化水素基であってもよく、具体的には炭素数1~30のアルキル基、炭素数2~30のアルケニル基、炭素数6~30のシクロアルキル基、炭素数6~30のアリール基、炭素数7~30のアルキルアリール基、炭素数7~30のアリールアルキル基などが挙げられる。特にRが炭素数8~22である場合、最終的に得られるジチオキサントゲン酸モリブデンやジチオキサントゲン酸タングステンが、潤滑油添加剤として優れた摩擦低減作用を有するので、好ましい。該一般式[1]で表される水酸基含有化合物としては、例えばメチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール、ブチルアルコール、ベンチルアルコール、ヘキシリアルコール、ヘプチルアルコールのほか、2-エチルヘキシリアルコール、ノニルアルコール、デシルアルコ

30

ル、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、エイコシルアルコール、オレイルアルコール、シクロヘキシリアルコール、p-t-ブチルフェノール、オクチルフェノール、ノニルフェノールなどが挙げられる。また、本発明において、アルカリ成分とは、アルカリ金属及びアンモニウムイオンを包含するものをいう。従ってアルカリ成

分の水酸化物としては、例えば水酸化リチウム、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化アンモニウムなどが用いられる。

【0014】本発明においては、前記水酸基含有化合物と二硫化炭素とアルカリ成分の水酸化物とを反応させる場合、低級鎖状炭化水素基を有する含酸素化合物の存在下に反応させることが必要である。該低級鎖状炭化水素基を有する含酸素化合物としては、例えば炭素数1~10、好ましくは1~5、より好ましくは1又は2のアルコール、ケトン、エーテルなど、具体的にはメタノール、エタノール、プロパンノール、ブタノール、アセト

40

ン、メチルエチルケトン、ジメチルエーテル、ジエチルエーテル、ジプロピルエーテルなどが挙げられる。これらの化合物は1種用いてもよいし、2種以上を組み合わせて用いてもよい。含酸素化合物は、上記水酸基含有化合物の水溶性を向上させ、相溶性を改善する作用をするものである。この反応は次のようにして行うことができる。すなわち、必要に応じて用いられる水性媒体中ににおいて、前記水酸基含有化合物と、それに対して実質上当モルのアルカリ成分の水酸化物及び当モルよりも若干過剰量の二硫化炭素と、前記低級鎖状炭化水素基を有する含酸素化合物の存在下、好ましくは0~70℃の範

50

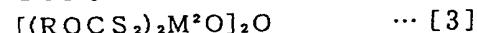
囲の温度において、30分ないし20時間反応させる。該含酸素化合物は、水酸基含有化合物100重量部に対して、通常700～2,000重量部の割合で用いられる。このようにして、一般式 [2]



(式中のR及びM'は前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸塩が得られる。

【0015】次に、前記一般式〔2〕で表されるジオキサントゲン酸塩とモリブデン酸塩又はタングステン酸塩とを、鉱酸の存在下に反応させる。該モリブデン酸塩やタングステン酸塩は無水物、水和物のいずれであってもよく、またその使用量については、一般式〔2〕で表されるジオキサントゲン酸塩に対し、実質上当モル量が用いられる。また、該鉱酸としては、酸化作用を有するもの例えば硝酸、硫酸などが挙げられ、これらは1種用いてもよいし、2種以上を組み合わせて用いてもよいが、特に硝酸が好適である。この鉱酸の使用量は、用いるモリブデン酸塩又はタングステン酸塩100重量部

(無水物として) に対して、通常 400~1,000 重量部の範囲で選ばれる。好ましい使用量は、450~600 重量部の範囲である。硝酸は、通常 0.5 N~2 N の水溶液として用いられる。この反応は水性媒体中において行われ、反応温度は通常 0~15 ℃、好ましくは 2~8 ℃ の範囲であり、反応時間は 2~30 時間程度である。好ましい反応時間は、4~10 時間の範囲である。このようにして、一般式 [3]



(式中のM²⁺はモリブデン又はタンゲステンであり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸金属塩が得られる。

【0016】前記一般式〔3〕で表される同一鎖長の炭化水素基を有するジチオキサントゲン酸金属塩の具体例としては、例えば、ジメチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジエチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジプロピルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジブチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジベンチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジヘキシルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジペプチルジチオキサントゲン酸モリブデンのほか、ジ(2-エチルヘキシル)ジチオキサントゲン酸モリブデン、ジノニルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジデシルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジラウリルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジミリスチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジパルミチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジステアリルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジエイコシルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジシクロヘキシルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジ(p-t-ブチルフェニル)ジチオキサントゲン酸モリブデン、ジ(オクチルフェニル)ジチオキサントゲン酸モリブデン、ジ(ノニルフェニル)ジチオキサントゲン酸モリブデン、ジ(ノニルフェニル)ジチオキサントゲン酸モリブデン。

ントゲン酸モリブデンなど、及びこれらに対応するタンゲステン塩を挙げることができる。本発明方法で得られた前記一般式〔3〕で表されるジチオキサントゲン酸モリブデン又はジチオキサントゲン酸タンゲステンは、潤滑油に添加した場合、優れた摩擦低減効果を發揮する。

【0017】

【実施例】次に実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定されるものではない。

0 實施例 1

2-エチルヘキシルアルコール 26 g と 50 wt% 水酸化ナトリウム水溶液 16 g との混合溶液に、メタノール 150 g 及び水 200 g を加え、さらに二硫化炭素 16 g を加えたのち、10 ℃ に保持しながら 5 時間反応させて、朱色のゼリー状反応物を得た。この反応物に、モリブデン酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 48.4 g を水 200 g に溶解させた水溶液を添加し、さらに 1 N-硝酸水溶液 300 g を添加して 5 ℃ で 6 時間反応させ、上層に油分を有する青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン 500 g を加え、ろ過分離したのち、水洗して固体生成物を得た。この固体生成物中のジ(2-エチルヘキシル)ジチオキサントゲン酸モリブデンは、Mo として 9.5 wt% 以上であった。

実施例2

ラウリルアルコール 37.2 g と 50 wt% 水酸化ナトリウム水溶液 16 g との混合溶液に、メタノール 600 g 及び水 500 g を加え、さらに二硫化炭素 16 g を加えたのち、40～50℃で 5 時間反応させて、朱色の固体状反応物を得た。この反応物に、モリブデン酸ナatrium ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 48.4 g を水 200 g に溶解させた水溶液を添加し、さらに 1 N-硝酸水溶液 300 g を添加して 5℃で 6 時間反応させ、上層に油分を有する青色反応液を得た。次いで、これにトルエン 500 g を加え、ろ過分離したのち、水洗して固体生成物を得た。この固体生成物中のジラウリルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Mo として 95 wt% 以上であった。

【0018】寒施例3

オレイルアルコール 26.8 g と 50 wt% 水酸化ナトリウム水溶液 8 g との混合溶液に、メタノール 300 g を加え、さらに二硫化炭素 8 g を加えたのち、10 ℃で 5 時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 24.2 g を水 100 g に溶解させた水溶液を添加したところ黄色結晶が析出したので、水 200 g を加え溶解させたのち、1 N-硝酸水溶液 150 g を添加して 5 ℃で 6 時間反応させ、上層に油分を有する青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン 500 g を加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Mo として 98 wt% であった。

実施例4

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、アセトン200g及び水100gを加え、さらに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で6時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 24.2gを水50gに溶解させた水溶液を添加し、さらに1N-硝酸水溶液200gを添加して5℃で6時間反応させ、上層に油分を有する青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして9.5wt%以上であった。

【0019】実施例5

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、t-ブタノール100g及び水100gを加え、さらに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で5時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 24.2gを水50gに溶解させた水溶液を添加し、さらに1N-硝酸水溶液100gを添加して5℃で6時間反応させ、上層に油分を有する淡青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして9.5wt%以上であった。

実施例6

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液にメタノール300gを加え、これに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃に保持しながら5時間反応させて黄色透明の液状反応生成物を得た。この反応生成物に、タンクス滕酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) の水溶液(水100gに4.8.5gを溶解して調製)を加え、水200gを加え結晶を溶解させたのち、1N-硝酸水溶液300gを加えて5℃で6時間反応させた。上層に油分を有する反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを加え、分離したのちトルエンを留去して固体生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸タンクス滕はWとして9.5wt%以上であった。

【0020】比較例1

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、トルエン300g及びメタノール100gを加え、さらに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で5時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 24.2gを水100gに溶解させた水溶液を添加し、さらに1N-硝酸水溶液150gを添加して5℃で1.5時間反応させ、上層に油分を有する青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを

加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして8.0wt%であった。

比較例2

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、水100g及び二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で5時間反応させて上層に黄色のブロック状物を有する朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 24.2gを水100gに溶解させた水溶液を

添加し、さらに1N-硝酸水溶液150gを添加して5℃で1.5時間反応させて、黄色析出物を有する反応液を得た。次いで、この反応液をろ過し、水洗して固体状生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして8.0wt%であった。

【0021】比較例3

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、メタノール300gを加え、さらに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で5

時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 24.2gを水100gに溶解させた水溶液を添加したところ、黄色結晶が析出したので、水200gを加え溶解させたのち、二酸化硫黄ガスを吹き込みながら5℃で1.5時間反応させて上層に油分を有する青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして8.0wt%であった。

比較例4

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、メタノール100g及び水100gを加え、さらに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で5時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 24.2gを水100gに溶解させた水溶液を添加し、二酸化硫黄ガスを吹き込みながら5℃で1.5時間反応させて上層に油分を有する青色反応液を得た。次いでこれにトルエン500gを加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして8.0wt%であった。

40 トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして8.0wt%であった。

試験例1

潤滑油基油としての鉛油100SN、ポリメタクリレート系粘度指数向上剤4.0wt%、こはく酸イミド系無灰清浄分散剤3.0wt%、チオりん酸亜鉛系耐摩耗剤0.75wt%及び第1表に示す種類と量の摩擦低減剤を含有する潤滑油組成物を調製した。この組成物について、荷重40kgf又は20kgf、回転数1800rpm、油温90

50 ℃、時間30分の条件でシェル四球式試験を行い、摩耗

痕径、摩擦係数、上球表面平均粗さを求めた。その結果 *はモリブデン酸ナトリウムを反応させる工程を示す。
を第1表に示す。なお、第1表において、反応工程
(1) は二硫化炭素を反応させる工程、反応工程 (2) * 【表1】

第1表-1

試験 No	種類	摩擦低減剤			添加量ppm
		反応工程(1) 溶媒	反応工程(2) HNO ₃ 添加又は SO ₂ 吹込み		
1	実施例1 ジ(2-エチルヘキシル) MoDTX	メタノール 水	HNO ₃ 添加	230 (Mo)	
2	実施例2 ジラウリルMoDTX	メタノール 水	HNO ₃ 添加	230 (Mo)	
3	実施例3 ジオレイルMoDTX	メタノール	HNO ₃ 添加	230 (Mo)	
4	実施例4 ジオレイルMoDTX	アセトン 水	HNO ₃ 添加	230 (Mo)	
5	実施例5 ジオレイルMoDTX	t-ブタノール 水	HNO ₃ 添加	230 (Mo)	
6	実施例6 ジオレイルWDTX	メタノール	HNO ₃ 添加	460 (W)	
7	比較例1 ジオレイルMoDTX	トルエン メタノール	HNO ₃ 添加	230 (Mo)	
8	比較例2 ジオレイルMoDTX	水	HNO ₃ 添加	230 (Mo)	
9	比較例3 ジオレイルMoDTX	メタノール	SO ₂ 吹込み	230 (Mo)	
10	比較例4 ジオレイルMoDTX	メタノール 水	SO ₂ 吹込み	230 (Mo)	
11	- 無添加	-	-	-	-
12	- C ₈ ~C ₁₂ MoDTC	-	-	230 (Mo)	

【0023】 [注]

C₈~C₁₂MoDTC : アルキル基の炭素数が8~13
の硫化オキシモリブデンジチオカルバメート (市販品)

ジ(2-エチルヘキシル)MoDTX : ジ(2-エチルヘ
キシル)ジチオキサントゲン酸モリブデン
ジラウリルMoDTX : ジラウリルジチオキサントゲン

酸モリブデン

ジオレイルMoDTX : ジオレイルジチオキサントゲン

酸モリブデン

【0024】

【表2】

第1表-2

試験 No	シェル四球式試験					
	荷重40kgf			荷重20kgf		
	摩耗痕径 (mm)	摩擦係数	上級表面 平均粗さ (μm)	摩耗痕径 (mm)	摩擦係数	上級表面 平均粗さ (μm)
1	0.29	0.054	0.110	—	—	—
2	0.27	0.054	0.120	—	—	—
3	0.55	0.063	0.186	0.32	0.051	0.107
4	0.59	0.056	—	—	—	—
5	0.53	0.065	—	—	—	—
6	0.58	0.070	—	0.31	0.085	—
7	1.67	0.094	—	—	—	—
8	1.81	0.084	—	—	—	—
9	0.56	0.098	0.216	—	—	—
10	0.56	0.099	0.234	—	—	—
11	0.52	0.113	0.579	0.33	0.097	0.142
12	0.58	0.067	0.286	0.31	0.063	0.156

【0025】

【発明の効果】本発明方法によると、鉱油に対する溶解性が大きく、かつ潤滑油に添加した場合、摩擦低減効果が大きいことから、潤滑油添加剤として有用なジチオキ

サントゲン酸モリブデンやジチオキサントゲン酸タンクステンを、簡単な操作で純度よく高収率で製造することができる。